

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-43198

(P2004-43198A)

(43) 公開日 平成16年2月12日(2004.2.12)

(51) Int.Cl.⁷

C03B 37/014

F 1

C03B 37/014

Z

テーマコード(参考)

4G021

C03B 37/027

C03B 37/027

Z

G02B 6/00

G02B 6/00 356A

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号

特願2002-199163(P2002-199163)

(22) 出願日

平成14年7月8日(2002.7.8)

(71) 出願人

000005290

古河電気工業株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

(74) 代理人

100101764

弁理士 川和 高穂

(72) 発明者

森平 英也

東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 古
河電気工業株式会社内

(72) 発明者

上原 正光

東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 古
河電気工業株式会社内

(72) 発明者

神谷 保

東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 古
河電気工業株式会社内

F ターム(参考)

4G021 CA16 HA00

(54) 【発明の名称】光ファイバ母材の洗浄方法

(57) 【要約】

【課題】石英管の中空部が汚染した状態のままで光ファイバにした場合に発生する不具合を洗浄により浄化して防ぐ。

【解決手段】コアロッドと、前記コアロッドを中空部に挿入する合成石英管とで構成される光ファイバ用母材の先端部を加熱溶融し、前記コアロッドと前記合成石英管とを一体化しながら線引して光ファイバを製造する際に、前記合成石英管の外表面を洗浄する工程を一工程以上設けたことを特徴とする光ファイバ母材の洗浄方法である。また、前記合成石英管の一方端を封止し、他方端に石英製支持管を溶着後、前記石英製支持管に栓をして洗浄することを特徴とする光ファイバ母材の洗浄方法である。

【選択図】

なし

10

【特許請求の範囲】**【請求項1】**

コアロッドと、前記コアロッドを中空部に挿入する合成石英管とで構成される光ファイバ用母材の先端部を加熱溶融し、前記コアロッドと前記合成石英管とを一体化しながら線引して光ファイバを製造する際に、

前記合成石英管の外表面を洗浄する工程を一工程以上設けたことを特徴とする光ファイバ母材の洗浄方法。

【請求項2】

前記合成石英管の一方端を封止し、他方端に石英製支持管を溶着後、前記石英製支持管に栓をして洗浄することを特徴とする請求項1に記載の光ファイバ母材の洗浄方法。 10

【請求項3】

前記合成石英管の一方端を封止し、他方端に石英製支持管を溶着後、前記合成石英管の中空部に前記コアロッドを挿入し、挿入後に前記石英製支持管に栓をして洗浄することを特徴とする請求項1に記載の光ファイバ母材の洗浄方法。

【請求項4】

前記洗浄の後に、前記合成石英管の外表面を保護ラップで覆い、次いで前記合成石英管の中空部に前記コアロッドを挿入後にラップを取り除き、栓をして、さらに洗浄することを特徴とする請求項2に記載の光ファイバ母材の洗浄方法。

【請求項5】

前記洗浄には、1～20W七%のフッ化水素酸水溶液を用い、前記フッ化水素水で処理した後に純水でリーンスし、乾燥させることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載の光ファイバ母材の洗浄方法。 20

【請求項6】

前記洗浄には、洗浄液に電気伝導度が1μA以下の純水を用いることを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載の光ファイバ母材の洗浄方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、通信用光ファイバの製造方法に関する。

【0002】**【従来の技術】**

光ファイバは石英ガラスをベース素材とする。石英ガラスは、通常のガラス材と異なり、高純度を維持しながら溶融せしめるのが著しく困難である。そのため、あらかじめ所定の屈折率分布を持った母材を合成し、加熱炉を用いて溶融軟化させ、細く引き伸ばして紡糸する。

【0003】

母材の合成法としては、MCVD法、VAD法、OD法などが考案されている。コアを含む中心部（以下コアロッドと言う）をこれら の製法で製造し、クラッド部に石英管を用いて加熱一体化して母材とする方法や、一体化を線引と同時に実施する方法も知られている。 40

【0004】

上記線引用の加熱炉には通常電気炉を用い、温度は2000℃以上とする。電気炉に母材を挿入して先端部を加熱溶融し、引き伸ばして紡糸する。紡糸が定常状態になると、母材の先端形状は、母材の外径や粘度、加熱炉ヒータによる温度分布、線引速度等によって定まるメニスカスを形成して安定する。石英管と挿入したコアロッドとの間隙部を例えれば、真空ポンプで吸引して減圧すると、メニスカス部分では加熱によりコア材と管が一体化し、細く引き伸ばすことで線引することができます。

【0005】

ところで、光ファイバ作製時の作業環境には、微粒子や油分などの異物が存在することがある。これらの異物が、石英管に付着して表面が汚染されると、そのまま光ファイバ 50

表面に残留することもある。その結果、この部分に応力が集中して光ファイバの強度が弱くなる。そのため、通常、線引前に石英管等を洗浄して異物除去を行なう。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

上記の石英管の洗浄にはいくつもの方法があるが、通常は洗浄液を用いて洗い流す湿式法が用いられる。洗浄液としては、エッティング効果のあるフッ化水素酸水溶液や、界面活性剤溶液が用いられる。洗浄により表面が清浄になって、光ファイバ強度の信頼性が高まる。

【0007】

ところで、水槽中に洗浄液を満たし、この中に石英管を浸漬させ、その後これを取り出して純水槽に移しリヌスする洗浄法を用いると、石英管中空部にも洗浄液が入り込むことがある。中空部はリヌスが不十分になりがちで洗浄成分が残留しやすい。またフッ化水素酸水溶液を用いた場合には小傷（ピット）が生じることがある。

10

【0008】

石英管の中空部が汚染した状態、又は荒れた状態のままで光ファイバにすると、線引途中で外径が変動し、良質な光ファイバが得られない。線引途中、この変動が原因で破断する場合もある。また、光ファイバ強度不足の原因にもなる。これらの不具合は、洗浄後に中空部の清浄化や平坦化を実施すれば防げるが、新たな工数が必要となり、生産性が低下する。また、中空部にコア材を挿入した後では、これらの作業を実施することが難しい。

【0009】

【課題の解決手段】

前記課題の解決のために、本発明の第1の態様は、コアロッドと、前記コアロッドを中空部に挿入する合成石英管とで構成される光ファイバ用母材の先端部を加熱溶融し、前記コアロッドと前記合成石英管を一体化しながら線引して光ファイバを製造する際に、前記合成石英管の外表面を洗浄する工程を一工程以上設けたことを特徴とする光ファイバ母材の洗浄方法である。

20

【0010】

本発明の第2の態様は、前記合成石英管の一方端を封止し、他方端に石英製支持管を溶着後、前記石英製支持管に栓をして洗浄することを特徴とする光ファイバ母材の洗浄方法である。

30

【0011】

本発明の第3の態様は、前記合成石英管の一方端を封止し、他方端に石英製支持管を溶着後、前記合成石英管の中空部に前記コアロッドを挿入し、挿入後に前記石英製支持管に栓をして洗浄することを特徴とする光ファイバ母材の洗浄方法である。

【0012】

本発明の第4の態様は、前記洗浄の後に、前記合成石英管の外表面を保護ラップで覆い、次いで合成石英管の中空部に前記コアロッドを挿入後にラップを取り除き、栓をして、さらに洗浄することを特徴とする光ファイバ母材の洗浄方法である。

【0013】

本発明の第5の態様は、前記洗浄には、1～20wt%のフッ化水素酸水溶液を用い、前記フッ化水素酸水溶液で処理した後に純水でリヌスし、乾燥させることを特徴とする光ファイバ母材の洗浄方法である。

40

【0014】

本発明の第6の態様は、前記洗浄には、洗浄液に電気伝導度が1μA以下の純水を用いることを特徴とする光ファイバ母材の洗浄方法である。

【0015】

【発明の実施の形態】

以下に実施の形態により、本発明を説明する。本発明は、コアロッドを形成し、別に製造した合成石英管の中空部に前記コアロッドを挿入し、先端部を加熱して前記コアロッドと前記合成石英管を一体化しながら線引して光ファイバを製造する際に、前記合成石英管の

50

製造から前記線引までの間に、前記合成石英管の外表面のみを洗浄する工程を一工程以上設けたことを特徴とする光ファイバ母材の洗浄方法である。

【0016】

本発明によれば、母材を線引装置にセットし、先端を溶融して引き伸ばし光ファイバに紡糸する際、得られた光ファイバの寸法特性と強度を良好に保つことができる。すなわち、母材を洗浄することで線引後の光ファイバ強度を良好とできる。

【0017】

ところで、コア部とクラッド部を線引するまで離したままとする場合、隙間に洗浄液が侵入すると、線引時に光ファイバの外径が変動して良質な光ファイバが得られない。そのため、洗浄時には栓をして、洗浄液が、例えば中空部に侵入しないようにする。また、本発明によれば、ハンドリング中に石英管の中空部に異物が混入することによる不具合も防ぐことができる。10

【0018】

本発明では、合成石英管の一方端を封止し、他方端にハンドリング用の石英製支持管を溶着後、前記石英製支持管に栓をして前記合成石英管の中空部に洗浄液が浸入しないようにして洗浄する。

【0019】

例えば、両端が開放状態の場合に外表面のみを洗浄しようとすると、洗浄液に浸漬する方法は用いることができない。そのため、外側から洗浄液をかけることになるが、液滴が飛散して内部に入る可能性がある。管の片端を封止した場合は垂直に管を設置し、洗浄液中に必要な洗浄部位まで浸することで管内部への液の浸入を防ぐことは可能であるが、洗浄液が管内に溢れ込まないように液面を管理する必要がある。液をかける方法でも同様の上記の問題がある。20

【0020】

ところで、開放部を予め栓で塞いでおけば、内部への液浸入は簡単に防ぐことができ、管の取り扱いも容易になる。併せて、管内部への他の異物混入も防ぐことができる。

【0021】

すなわち、図3で示したように、得られた合成石英管31の先端を封止していない側に、石英製の支持管33を溶着させる。支持管33の形状は、例えば旋盤チャックにかんだ場合に不要な歪みがかからないような、実質的に平滑で長手方向の外径変動が小さい、望ましくは±1mm/1m程度の石英管であって、真空ポンプへの結合や、線引炉への取り付けを考慮した端面形状を持つものであり、寸法は合成石英管の外径とほぼ同じ外径を有し、合成石英管の内径より大きい内径を有することが望ましい。支持管33の開口部には、栓35、例えば、シリコーンゴム製の栓35がされている。30

【0022】

次に、図4(a)に示すように、支持管33の開口部に栓35をした合成石英管31を、フッ化水素酸水溶液41を満たした槽43に浸漬する。次に、図4(b)に示すように、純水45を入れた槽47に移し入れ、粗洗いする。次に、図4(c)に示すように、純水のシャワー49を用いてリヌスし、圧縮空気で水滴を吹き飛ばした後、風乾する。

【0023】

本実施の形態では、合成石英管31の開放端に栓35をして内部に洗浄液が入らないようにし、外表面のみを洗浄することで、強度の信頼性を高めつつ線引工程にて不具合が発生することを抑制できる。

【0024】

本発明では、洗浄には、1~20W七%のフッ化水素酸水溶液を用い、前記フッ化水素酸水溶液で処理した後に純水でリヌスし、乾燥させる。また、洗浄には、洗浄液に純水のみを用いても良い。すなわち、洗浄剤として、エッティング効果のあるフッ化水素酸水溶液を希釈して用いると、表面をあらすず、かつ乾燥後に固体分が残りにくい。なお、1W七%より薄いと洗浄効果が少なく、20W七%を超えると経済的に不利となる。この場合、純水によるリヌスを施す。汚染が軽微な場合は純水洗浄のみでも効果がある。40

【0025】

なお、洗浄工程で使用する純水は、イオン交換法によって電気伝導度を $1 \mu\text{A}$ 以下に保った状態で精製した純水を用いることが望ましい。

【0026】

本発明では、洗浄の後に前記合成石英管の外表面を保護ラップで覆い、その状態で合成石英管の中空部にコアロッドを挿入後にラップを取り除き、栓をして前記合成石英管の中空部に洗浄液が浸入しないようにして、さらに洗浄する。すなわち、洗浄後に、合成石英管をラップで表面を覆っておけば、新たな表面汚染は軽微になり、コアロッドの挿入時や搬送時等の作業中の汚染を防ぐことができる。

【0027】

しかし、ラップに付着した異物等による汚染の可能性があるので、極めて高い純度の表面が要求される線引工程では、線引開始前に洗浄するのが良い。

【0028】

さらに、本発明では、合成石英管の片端を封止し、反対端にハンドリング用の石英製支持管を溶着後、前記合成石英管の中空部にコアロッドを挿入し、挿入後に前記石英製支持管に栓をして前記合成石英管の中空部に洗浄液が侵入しないようにして洗浄する。

【0029】

例えば、図5で示したように、所定の寸法に加工したVADコアロッド51の片端に支持棒58を取りつける。VADロッド51の支持棒58は、垂直に作動可能な旋盤にチャック55で固定する。合成石英管31の支持管88は、チャック57で固定する。そして、VADロッド51は図5中の矢印方向に徐々に下げて、合成石英管31の開口部に挿入する。

【0030】

次に、例えば、図6に示すように、VADコアロッド51を挿入した合成石英管31を旋盤から外し、支持管88の挿入端にキャップ59を挿入する。次に、前述と同じように、フッ化水素酸水溶液に浸漬する。次に、純水を入れた槽に移し入れ、粗洗いし、最後に、純水のシャワーを用いてリーンスし、圧縮空気で水滴を吹き飛ばした後、風乾する。なお、挿入作業時において、著しい管表面の汚染が認められない場合は純水シャワーと乾燥のみとしても良い。

【0031】

洗浄後に、合成石英管をラップで表面を覆っておけば、新たな表面汚染は軽微になり、コアロッドの挿入時や搬送時等の作業中の汚染を防ぐことができる。しかし、ラップに付着した異物等による汚染の可能性があるので、極めて高い純度の表面が要求される線引工程では、線引開始前に洗浄するのが良い。

【0032】

なお、本発明では、図8で示した洗浄の形態、図6で示した洗浄の形態は、それぞれ単独で実施しても良く、図3の形態の後に図6の形態を実施しても良いことはもちろんである。

【0033】

【実施例】

以下に本発明を実施例を用いて説明する。本実施例では、VAD法により一部クラッドを含むコア母材を製造し、さらに石英管を用いてクラッド部を付与することで、單一モード光ファイバを製造する例について説明する。なお、本発明を実施する場合には、本実施の形態以外のプロファイルであっても、コア母材を他の方法で作製してもかまわない。

【0034】

図1に示したように、VAD法では多重管構造からなるコアバーナ5を通じて、気化させた四塩化珪素(SiCl_4)、四塩化ケルマニウム(GeCl_4)、酸素(O_2)、及び水素(H_2)とで構成されるガス9を送り込み、点火燃焼させる。火炎中で加水分解反応させて、合成ガラス微粒子を得、これを種棒8に吹き付けて多孔質母材1を形成する。なお、種棒8と多孔質母材1は矢印で示すように半時計方向に回転しており、図面の上方向

の矢印が引き上げられる方向である。

【0035】

多孔質母材1の特性を安定させるために、コアバーナ5の上部に類似のクラッドバーナ7を配置し、四塩化珪素(SiCl₄)、酸素(O₂)、及び水素(H₂)などで構成されるガス11を送り込み、反応させてコアストートの外周にクラッド部を付与する。この多孔質母材1を1500～1600℃程度に加熱して透明なガラスとする。単一モード光ファイバではコアとクラッドの寸法比は1：1.8程度となるが、VAD法で作製したものは1：4.5であった。次に、当該コア母材を引き伸ばして外径30mmのVADコアロッドを作製した。

【0036】

別に、合成石英管用として外径90mmで内径33mmの石英管を用意した。VADコアロッドを石英管に挿入すると所定の比率とすることができます。たとえば、図2には、コア部分21を中心部に備えたVADコアロッド23と合成石英管25の配置例を示した。

【0037】

図2中の矢印内で示した数値は、それぞれの寸法比を示しており、VADコアロッドのコア部分21の外形寸法を1とした場合、VADコアロッド23の寸法は4.5となっている。合成石英管25は、VADコアロッドのコア部分9の外形寸法を1とした場合、外形の寸法が1.8となる。

【0038】

ところで、合成石英管に用いられる石英管の内側中空部は、異物の付着がなく、平滑に維持されている。石英管はガラス加工施設にセットし、酸素／水素火炎で加熱して両側に徐々に伸ばす。すると、溶融軟化によるメニスカスが形成されて管が細くなる。最後に火炎で焼き切ると、先端を封止することができます。

【0039】

図8で示したように、このようにして、得られた合成石英管31の先端を封止していない側に石英製の支持管33を溶着させた。支持管33は、外径が約90mm、内径が約70mmである。合成石英管の冷却後、旋盤から外して、支持管33の開口部にシリコーンゴム製の栓19をした。

【0040】

次に、図4(a)に示すように、支持管33の開口部に栓35をした合成石英管31を10%フッ化水素酸水溶液41を満たした槽43に3時間浸漬した。次に、図4(b)に示すように、純水45を入れた槽47に移し入れ、粗洗いした。最後に、図4(c)に示したように、純水のシャワー49を用いてリーンスし、圧縮空気で水滴を吹き飛ばした後、風乾した。

【0041】

さらに、図5で示したように、所定の寸法に加工したVADコアロッド51の片端に、材質が天然石英製であり、外径が約25mmであり長さが約800mmの支持棒53を取り付けた。VADロッド51の支持棒53は、垂直に作動可能な旋盤にチャック55で固定した。合成石英管31の支持管33は、チャック57で固定した。そして、VADロッド51を図5中の矢印方向に徐々に下げて、合成石英管31の開口部に挿入した。

【0042】

次に、図6に示すように、VADロッド51を挿入した合成石英管31を旋盤から外し、支持管33の挿入端に、外形がテーパー状で、シリコーンゴム製のキャップ59をした。次に、前述と同じように、10%フッ化水素酸水溶液に3時間浸漬した。次に、純水を入れた槽に移し入れ、粗洗いし、最後に、純水のシャワーを用いてリーンスし、圧縮空気で水滴を吹き飛ばした後、風乾した。

【0043】

次に、このようにして準備したVADロッド51を挿入した支持管33の上部管部に真空装置を取り付け、内部を減圧に吸引できるようにし、線引装置にセットした。徐々に炉に挿入すると先端部が加熱されて溶着が起こり、さらにこの部分が伸びて線引が開始できだ

10

20

30

40

50

。あとは、通常の線引と同様にして、光ファイバを引き取りながら母材を炉に押し込んで行くと、中実化と光ファイバ化が同時に進行した。

【0044】

このようにしてセッティングした光ファイバ用母材を、引取りキャップスタンを用いて、ガラス部分の外径が約 $125\mu m$ 径となるように線引し、ついで紫外線硬化樹脂を塗って紫外線を照射して硬化させ外径が約 $250\mu m$ 径の光ファイバとした。このようにして線引工程を行なった結果、線引中の破断や線径不良の発生はなく、良好な線引を実施することができた。

【0045】

なお、洗浄工程で使用した純水は、イオン交換法によって電気伝導度を $1\mu A$ 以下に保った状態で精製した純水である。別に電気伝導度が $1\mu A$ を超えた純水で洗浄工程を行なったが、このときは線引中の破断は発生しなかったものの、線径変動の発生率が $0.05\text{回}/km$ まで上昇した。これは通常レベル($0.001\sim 0.005\text{回}/km$)の $10\sim 50$ 倍であり、純水の純度は電気伝導度で $1\mu A$ 以下に管理することが望ましいことが判った。

10

【発明の効果】

本発明により、合成石英管の内部を汚染することなく母材表面を清浄に調整することができる、母材を線引工程にて光ファイバ化する際、光ファイバ破断不良や線径不良を減少することができた。

20

【図面の簡単な説明】

【図1】VAD法の概略図である。

【図2】VAD法による、寸法比である。

【図3】栓をした支持管つき合成石英管の概略図である。

【図4】合成石英管洗浄工程である。

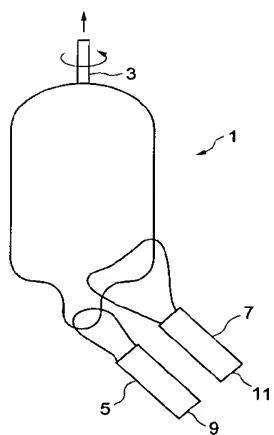
【図5】合成石英管へのVADロッドの挿入状況を示した図である。

【図6】合成石英管の支持管にキャップをした図である。

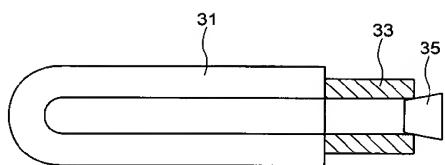
【符号の説明】

1	多孔質母材	80
3	VAD種棒	
5	コア用バーナー	
7	クラッド用バーナー	
9	ガス	
11	ガス	
21	VADコアロッドコア部分	
23	VADコアロッド	
25	合成石英管部	
31	合成石英管	
38	支持管	
35	栓	
41	フッ化水素水	40
43	槽	
45	純水	
47	槽	
49	純水シャワー	
51	コアロッド	
53	支持棒	
55	チャック	
57	チャック	
59	キャップ	

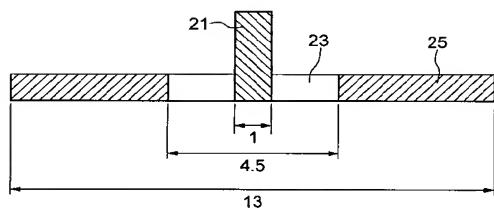
【図1】



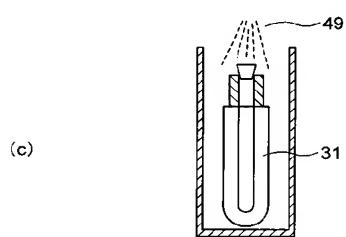
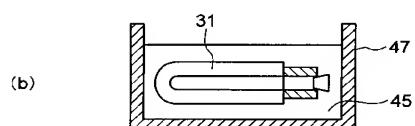
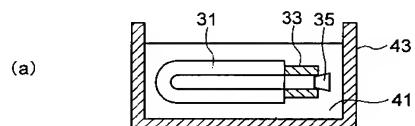
【図3】



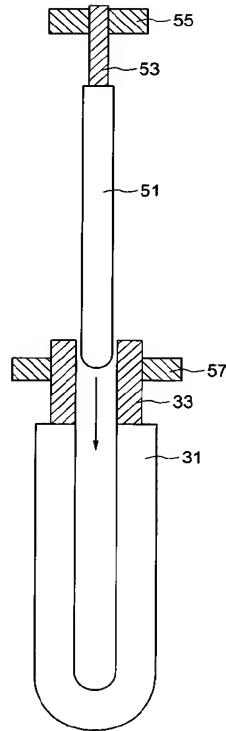
【図2】



【図4】



【図5】



【図 6】

